I. Introduction :

Les besoins de l'industrie de produit qui répond à des spécifications données, nécessites une séparation préalable en différents constituant ou différentes fractions, pour cela il existe des méthodes de séparation, décrit comme un ensemble des procèdes mécaniques et physique chimique permettent de séparer les divers corps purs formant un mélange, c.-à-d. quelles permet de réaliser le transfert d'un soluté initialement contenu dans une phase liquide, solide ou gaz vers une phase non miscible au premier milieu .

Les différentes techniques de séparation sont :

- *La distillation* : c'est une méthode de séparation d'un mélange liquide homogène en divers constituants ; c'est la méthode de séparation la plus largement utilisée, elle fait intervenir simultanément des phénomènes de transfert de matière et thermique.
- *L'absorption désorption* : la première désigne le transfert d'un soluté d'une phase gazeuse vers une phase liquide, elle est utilisee pour la purification d'un flux gazeux ou la récupération de l'un de ces constituent. La seconde est l'inverse par exemple purifier un liquide en utilisent un flux gazeux.
- *L'adsorption désorption :* c'est une méthode passe principalement sur les propriétés du solide et sa spécificités d'adsorber certain constituent du mélange en question, cela a leur surface ou dans leur pores.
- *La cristallisation :* elle procède à un changement d'état physique, a partir d'une phase liquide ou gaz vers une phase solide, cela après la solubilité du mélange en question dans le solvant c.-à-d. une suspension des cristaux dans une solution sature.
- *Le séchage :* elle procède à l'élimination d'un liquide imprégnant un solide par évaporation de se liquide nécessitant un apport de chaleur important.

  En fin l'***extraction liquide-liquide*** qui est l'objet de se TP, cette technique de séparation est largement utilisée à l'échelle industrielle, dans des domaines aussi variés que l'hydrométallurgie classique, l'industrie nucléaire, la pétrochimie, l'industrie pharmaceutique ou

encore l’industrie agroalimentaire. Bien que le principe de cette technique soit relativement simple, on met en contact intime une solution d’alimentation, contenant les constituants à séparer (solutés) avec une seconde phase liquide appelée solvant qui extrait préférentiellement un ou plusieurs des solutés. Le solvant qui contient alors le ou les solutés est désigné sous le terme d’extrait, la solution d’alimentation ayant perdu la majeure partie de ces mêmes constituants est appelée raffinat (Figure .1)

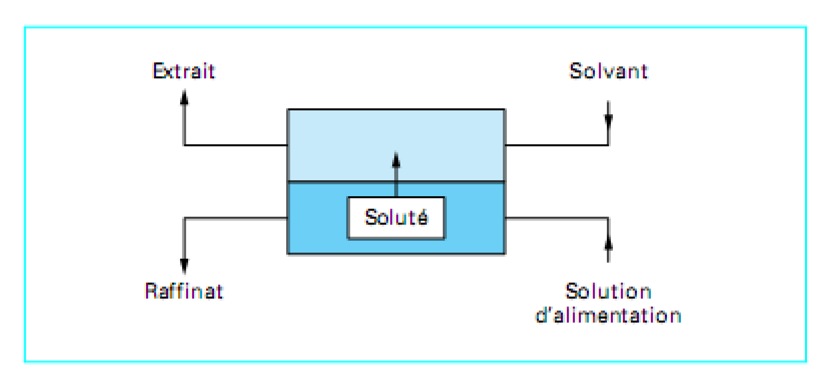


Figure 1 – Schéma de principe de l’extraction liquide-liquide.

En pratique, l’utilisation d’un procédé d’extraction liquide-liquide requiert deux opérations successives :

—une mise en contact intime des deux phases liquides durant un temps suffisant à l’obtention de l’équilibre ou d’un état proche de l’équilibre et pendant lequel le ou les solutés sont transférés de la phase d'alimentation dans le solvant.

—après leur contact, une séparation ultérieure des deux liquides (extrait et raffinat) sous l’effet de la gravité naturelle auquel peut s'ajouter dans certains cas la mise en œuvre d’autres forces : force centrifuge, champ électrique, etc.

II. Les bases physiquo-chimiques :

Un mélange peut être sous deux forme, hétérogène lorsqu’il forme deux ou plusieurs phase, L’autre homogène lorsqu’il forme une seul phase, le premier mélange hétérogène sa séparation effectue dans un appareillage a décantation, le second mélange homogène nécessite la mise en œuvre de procédés parfois complexes. Ces procédés de séparation doivent mettre en œuvre une opération ou un ensemble d’opérations permettant de concentrer de manière sélective certains constituants dans une fraction donnée.

La sélectivité recherche peut être d'origine thermodynamique ou cinétique. Les opérations de séparation basse sur une sélectivité d'équilibre peuvent être classes selon l'agent de séparation utilise ainsi que la nature des phases en présence : la distillation, la cristallisation, l'extraction liquide-liquide, la distillation extractive.

La séparation peut être également base sur une sélectivité cinétique, c'est-a-dire sur une différence de vitesse de migration des constituants en présence. Ce principe est mis en œuvre dans le cas d'une opération de séparation par membrane, cristallisation l'absorption gaz-liquide, l'extraction liquide-liquide.

III. Caractéristiques du solvant :

Le choix des propriétés des solvants d'extraction et primordiale dans l'industrie pour assurée l'efficacité et la compétitivité économique d'un procède, elles doivent présenté plusieurs de ses propriétés suivant :

- une forte ***capacité d'extraction*** pour les solutés recherchés, associée à des valeurs élevées des rapports de distribution D (en hydrométallurgie, on travaille de préférence avec des valeurs de D de 5 à 50, mais des valeurs voisines de 1 restent encore exploitables si la sélectivité est grande) ;
- une grande ***sélectivité de l'extraction*** du soluté A vis-à-vis d'un autre soluté B, caractérisée par le facteur de séparation ; ces facteurs peuvent atteindre des valeurs de 104 à 106, impossibles à obtenir par d'autres procédés de séparation, comme dans le cas de l'élimination des produits de fission de l'uranium irradié par extraction au tri(n-butyl)phosphate ; mais ils peuvent aussi être très proches de 1 comme dans le cas des terres rares pour lesquelles des valeurs de l'ordre 1,5 à 5 sont typiques ;
- des ***caractéristiques physico-chimiques*** permettant une récupération facile :

•soit du soluté : désextraction par changement de pH, précipitation ou cristallisation d'un sel métallique ;

•soit du solvant : grande volatilité ou capacité thermique faible pour une distillation économique, comme dans presque tous les procédés de la chimie organique ;

- une ***solubilité négligeable dans le raffinat*** : quelques ppm à quelques dizaines de ppm, qui éviteront une récupération coûteuse, imposée pour des raisons économiques ou de sécurité de l'environnement ;
- une ***bonne stabilité chimique*** vis-à-vis des milieux réactionnels rencontrés au cours des différentes opérations d'extraction, de lavage et de désextraction ;
- des ***caractéristiques physiques*** fournissant des temps de dispersion et de séparation des phases après contact acceptables ; pratiquement, les solvants industriels présentent des viscosités réduites (1 à 3 mPa.s), des tensions interfaciales faibles ou moyennes (5 à 40 mN/m) et une importante différence de masse volumique par rapport à la phase d'alimentation (200 à 300 kg/m3) ;
- des ***propriétés favorables*** :

•du point de vue de la cinétique du transfert de masse (mise en équilibre après un contact inférieur à quelques minutes) ;

•du point de vue économique : produit bon marché et disponible commercialement ;

•du point de vue de la sécurité d'emploi : produit à faible toxicité, point d'éclair élevé (supérieur à 55 °C), donc peu inflammable ou peu volatil, et peu corrosif vis-à-vis des matériaux de construction courants.

IV. Extractants :

IV. 1. Principaux extractants commerciaux :

L'utilisation a grande échelle des procèdes d'extraction liquide-liquide a permit de développé ses solvants comme :

- sulfolane (tétrahydrothiofène) (procédé Shell) ;
- polyéthylène glycol (procédé UDEX) ;
- tétraéthylène glycol (procédé Union Carbide) ;
- diméthylsulfoxyde (procédé de l'Institut français du pétrole),
- N-Méthyl-2-pyrrolidone - glycol (procédé AROSOLVAN) ;
- N-Formylmorpholine (procédé FORMEX).

IV. 2. Diluants :

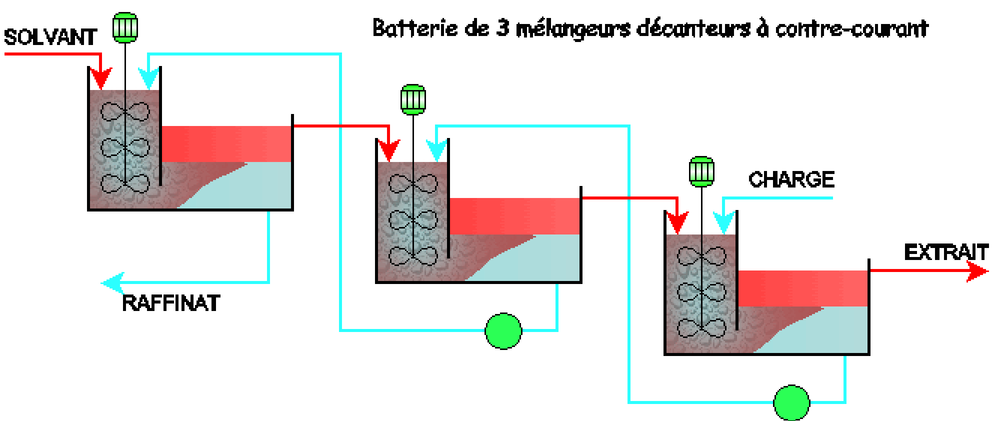
C'est un constituant principal dans l'industrie il apport au solvant des propriétés physico-chimique : masse volumique, viscosité, volatilité, émulsivité, tendance aux entraînements mécaniques, etc. et un enjeu économique important.

V. Les méthodes d'extraction :

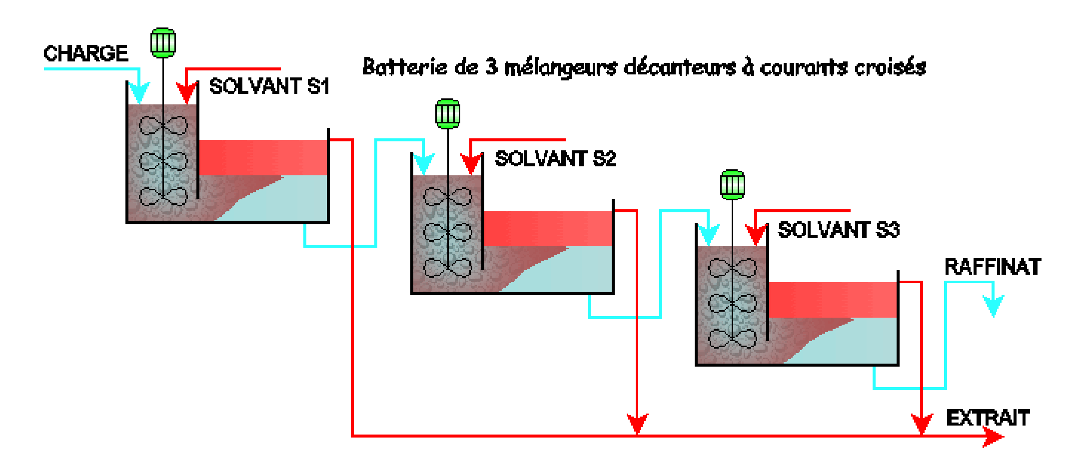
L'extraction liquide-liquide s'effectue principalement en deux modes sont

- *En discontinu :* dans laquelle l'aire interfaciale d'échange entre le mélange et la solvant sont crée par un agitateur, puis dans les décanteur les phase apparut seront séparée.
- *En continu :* son principe et le même que le précédant avantager sur la continuité du circuit dans une succession d'étages. aussi on les classe selon le courant d'injection : courant croise, cocounant, contre courant.

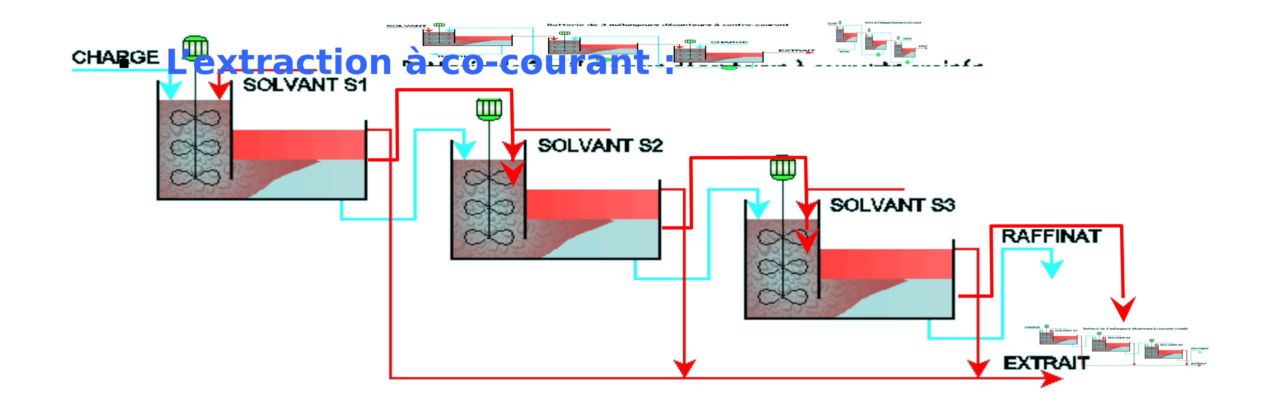
- **L'extraction à contre-courant :**



- **L'extraction à courant croisé :**



- **L'extraction à co-courant :**



VI. Les colonnes d’extraction liquide –liquide :

Le principe d’extraction liquide-liquide dicte les fonctions que doivent remplir les extracteurs, pour cela existe plusieurs type de colonne y ont le but d’augmenter la surface d’échangé afin d’atteindre une efficacité élevée. Les types de colonne utilisée relèvent de cinq types principaux : *colonnes à pulvérisation, colonnes a garnissage, colonnes pulsées, colonne a plateaux perfores, colonnes a agitateur mécanique.*

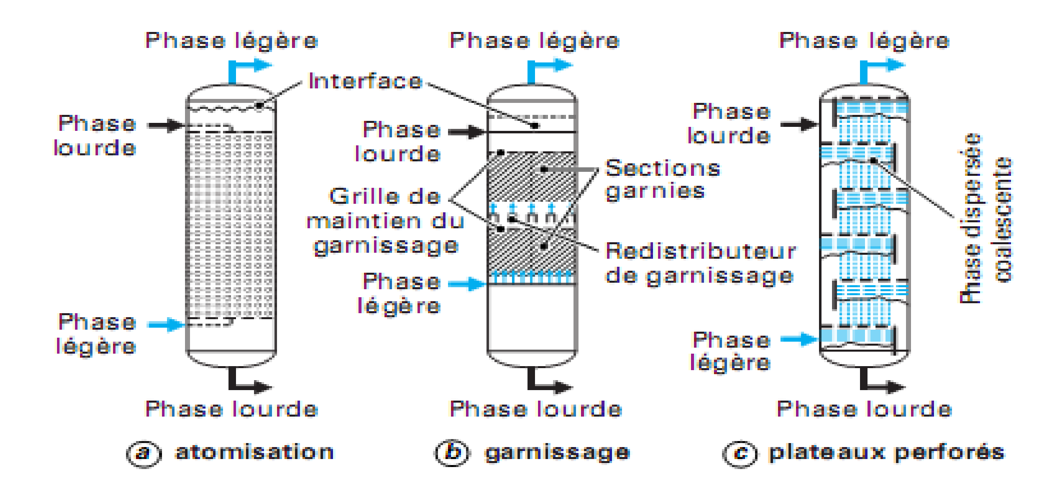


Fig.colonnes pulverisation, garnie, perfores

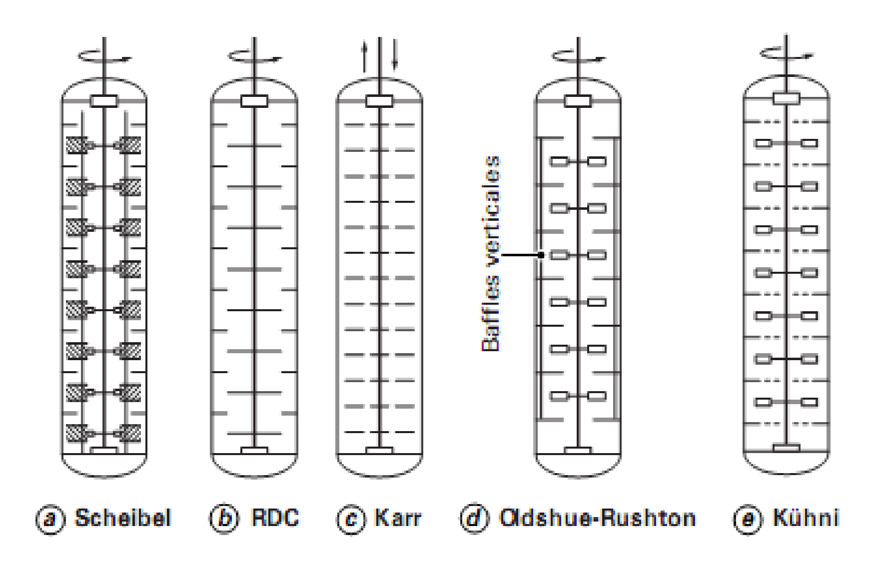


Fig. colonnes a agitateur mécanique.

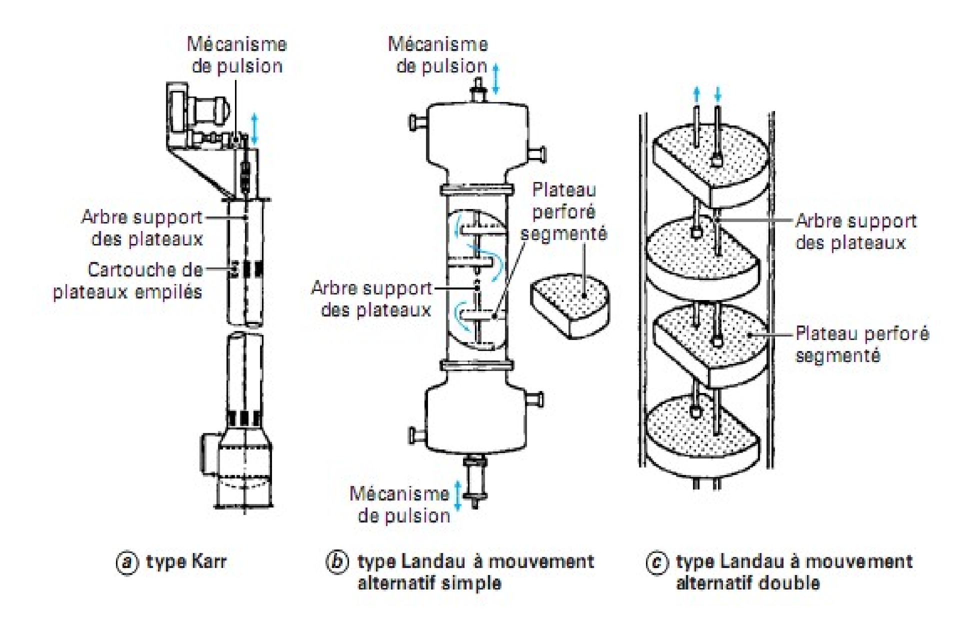


Fig. colonnes pulsées.

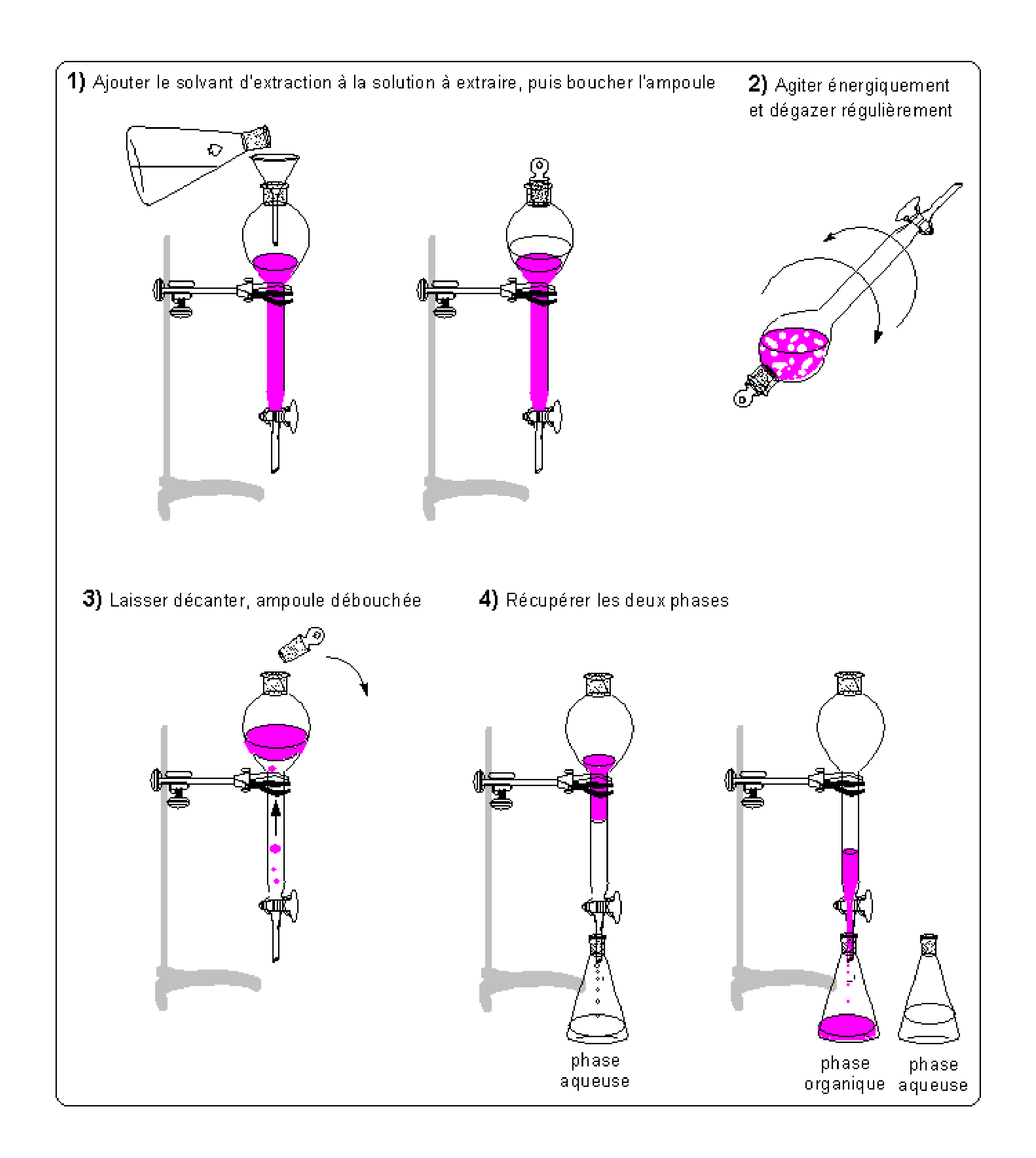
Partie expérimentale

1. But de la manipulation :

- Comprendre les principes d’une extraction liquide –liquide et le calcul de taux d’extraction.
- Connaître de manière quantitative les facteurs importants régissant l’efficacité de l’extraction liquide -liquide ;
- Comparaison entre le mode de séparation à un seul étage et plusieurs étages.

2. Mode opératoire :

L'opération s'effectue dans une ampoule à décanter, le volume de celle-ci doit être égal à 2 ou 3 fois le volume à extraire. Elle se compose, d'une boule de verre dotée d'un bouchon rodé à un pole et à l'autre, d’une tige droite large terminée par un robinet avec une tubulure relativement longue. Les volumes disponibles vont de quelques litres à quelques millilitres. La partie sphérique assure un bon mélange des composés liquides, la partie droite permet, après décantation, une séparation relativement fine des différentes phases.



1.1. Etablissement de la courbe d'étalonnage de la solution $Fe_2(SO_4)_3 \times H_2O$:

A partir de la solution mère ($C=10^{-3}$ mol/l) nous allons préparer des solutions de concentrations différentes en procédant à la dilution successive de la solution mère:
On utilise cette relation pour calculer le volume qu'on doit prendre de la solution mère :

$$C_1V_1 = C_2V_2 \Rightarrow V_1 = \frac{C_2V_2}{C_1}$$

D' Ou : $C_1=10^{-3}$ mol/l ;

$C_2 =$ les différentes concentrations qu'on a utilisé ;
$V_2 =$ 100 ml ;

Les résultats de calcule sont dans le tableau suivant:

$C_{Fe2(SO4)3}$ (mol/l)	10^{-5}	2.10^{-5}	4.10^{-5}	6.10^{-5}	8.10^{-5}	10^{-4}
V_1 (ml)	1	2	4	6	8	10

Après la préparation des solutions on effectue des mesures d'absorbance 10^{-3} correspondante à λ_{max} =336nm pour chaque solution diluée.
Les résultats de mesure sont illustrés dans le tableau suivant :

$C_{Fe2(SO4)3}$ (mol/l)	10^{-5}	2.10^{-5}	4.10^{-5}	6.10^{-5}	8.10^{-5}	10^{-4}
A_{moy} (nm)	0.0437	0.0450	0.0465	0.0477	0.0487	0.0498

Le tracé de la courbe d'étalonnage:
D'après le tableau de résultat on peut tracer A_{moy} = f (C) et on obtient une droite qui est figure :

